Aula

15

PRÁTICA 05 - DETERMINAÇÃO DE CLORO ATIVO EM ÁGUA SANITÁRIA E DETERMINAÇÃO IODOMÉTRICA DE ÁCIDO ASCÓRBICO

METAS

Familiarizar com as técnicas de preparo e padronização de solução de tiossulfato de sódio;
familiarizar com as técnicas de preparo e padronização de solução de iodo;
determinar o teor de cloro ativo em água sanitária;
determinar o teor de ácido ascórbico em comprimidos de vitamina c.

OBJETIVOS

Ao final desta aula, o aluno deverá:
realizar a preparação e padronização de uma solução de tiossulfato utilizando os materiais adequados para este procedimento;
realizar a preparação e padronização de uma solução de iodo utilizando os materiais adequados para este procedimento;
determinar o teor de cloro ativo em água sanitária; e
determinar o teor de ácido ascórbico em comprimidos de vitamina C.

PRÉ-REQUISITOS

Saber os fundamentos da titulometria de oxidação e redução.

(Fontes: 1- http://www.emforma.net; 2- http://2.bp.blogspot.com)

INTRODUÇÃO

Na última aula foi preparada e padronizada uma solução de EDTA, usando carbonato de cálcio como padrão primário e ério T como indicador do ponto final da titulação. Em seguida foi determinado a dureza (Ca+Mg) e cálcio em amostras de água, usando ério T e murexida como indicador, respectivamente. O magnésio foi determinado por diferença entre a dureza e o teor de cálcio.

Ao longo desta aula, discutiremos os princípios da volumetria de oxidação e redução e faremos o preparo e a padronização de uma solução de tiossulfato de sódio (Na2S2O3) e de uma solução de iodo. A padronização do Na2S2O3 será feita com iodo. O ponto final será detectado pela mudança de coloração do amido de azul para verde. Em seguida a solução de Na2S2O3 foi empregada na determinação do teor de cloro ativo em água sanitária. Na padronização do iodo será feita com a solução padronizada de Na2S2O3. O ponto final será detectado pela mudança de coloração. Em seguida a solução de iodo foi empregada na determinação do teor de ácido ascórbico em comprimidos de vitamina C.

(Fonte: http://z.about.com).

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Os métodos podem ser classificados em métodos de oxidação e redução conforme utilizem soluções padrões de agentes oxidantes ou redutores. Os mais importantes métodos volumétricos de oxidação são os baseados no uso de soluções padrões de permanganato e dicromato de potássio, iodo etc.

As titulações com iodo são as mais importantes porque titula tanto agentes oxidantes quanto redutores e tem sua flexibilidade devido ao potencial de oxidação di sistema iodo/iodeto possuir um valor intermediário. A titulação com iodo compreende dois tipos: iodimetria (direto) e iodometria (indireto). O método direto (iodimetria) utiliza solução padrão de iodo em iodeto de potássio (espécie reativa I_3^-) para titular substâncias facilmente oxidáveis; geralmente são realizadas em meio neutro ou ligeiramente alcalino para favorecer a hidrólise do iodo e evitar a decomposição do amido. No método indireto (iodometria) um excesso de iodeto de potássio é adicionado a uma solução de agente oxidante para garantir a formação de I_2, que será titulado com tiossulfato de sódio em presença de amido como indicador.

O ponto final das titulações oxidimétricas pode ser determinado com o auxílio de indicadores de óxido-redução adequado a cada caso ou ainda por indicadores específicos como o amido.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Antes de partir para as aplicações dos métodos volumétricos com iodo, é necessário preparar e padronizar a solução de tiossulfato de sódio, $Na_2S_2O_3.5H_2O$ (MM = 248g g/mol). Para tanto você deverá:

a) Pesar aproximadamente 12,5 g de $Na_2S_2O_3.5H_2O$;

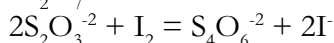
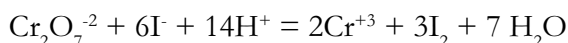
b) Dissolver o sal em ≅ 300 mL de água destilada fria, previamente fervida e adicionar 0,5 mL de clorofórmio;

c) Completar o volume de 500 mL com água destilada fervida e fria;

d) Guardar a solução em frasco escuro e limpo. Rotular.

Como a solução de tiossulfato não atende aos requisitos de padrão primário, a padronização deve ser realizada. Os equilíbrios envolvidos são:

$Cr_2O_7^{-2} + 6I^- + 14H^+ = 2Cr^{+3} + 3I_2 + 7\ H_2O$

$2S_2O_3^{-2} + I_2 = S_4O_6^{-2} + 2I^-$

Para isso você deverá:

a) Pesar com precisão 0,2000 g a 0,2100 g de $K_2Cr_2O_7$ ($MM_{K2Cr2O7}$ =294 g/mol e Meq=294/6) previamente dessecado em estufa a 200-250°C durante 30 minutos);

b) Transferir para erlenmeyer de 250 mL;

c) Dissolver em ≅ 50 mL de água destilada;

d) Adicionar 2 g de iodeto de potássio dissolvido em 30 ml de água destilada;
e) Adicionar 8 mL de HCl concentrado e homogeinizar. Rotular;
f) Titular o iodo liberado com a solução padronizada de $Na_2S_2O_3$ até mudar de cor (marrom para amarelo-esverdeado). Nesse ponto adicionar 3mL de solução de amido e continuar titular ate a coloração mudar de azul para verde.

DETERMINAÇÃO DE CLORO ATIVO EM ÁGUA SANITÁRIA

a) Transferir 25 mL da amostra para balão de 250 mL;
b) Retirar três alíquotas e colocar em erlermeyer distintos;
c) Adicionar 2 g de iodeto de potássio dissolvido em 30 mL de água destilada;
d) Adicionar 8 mL de HCl concentração e homogeinizar;
e) Titular o iodo liberado com a solução padronizada de $Na_2S_2O_3$ até mudar de cor (marrom para amarelo-esverdeado). Nesse ponto adicionar 3mL de solução de amido e continuar titular ate a coloração mudar de azul para verde.

PREPARO E PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE IODO

PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE IODO 0,03 MOL/L

a) Pesar ≅ 20 g de iodeto de potássio (KI);
b) Transferir para béquer de 100 mL;
c) Diluir em ≅ 25 mL;
d) Pesar ≅ 3,8 g de iodo puro (I_2) em um vidro de relógio;
e) Transferir para béquer que contém o KI;
f) Transferir todo o conteúdo do béquer para um frasco escuro de 1L;
g) Diluir até ≅ 1L;
h) Homogeinizar a solução. Rotular.

PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE IODO @ 0,03 MOL/L COM A SOLUÇÃO $NA_2S_2O_3$ 0,1 MOL/L

a) Transferir 50 mL de solução iodo para um erlenmeyer;
b) Titular com uma solução padronizada de $Na_2S_2O_3$ 0,1 mol/L;
c) No final da titulação a cor torna-se levemente amarela, então se adiciona 2 mL de solução de amido 1%;
d) Prosseguir a titulação até a viragem;
e) Calcular a concentração da solução de iodo.

DETERMINAÇÃO DE ÁCIDO ASCÓRBICO (VITAMINA C) EM COMPRIMIDOS POR IODOMETRIA

a) Pesar 12 comprimidos de vitamina C;
b) Triturar e pesar uma amostra ente 0,75 a 0,80g da amostra (pulverizada);
c) Transferir para balão de 250 mL;
d) Transferir alíquotas de 25 mL desta solução para erlenmeyer;
e) Adicionar 5 mL de indicador de amido;
f) Titular até o aparecimento de cor azul;
g) Calcular a massa de vitamina C na alíquota e a % em comprimido.

As determinações devem ser efetuadas em triplicata. A titulação deve ser conduzida lentamente, gota a gota, controlando o fluxo do titulante contido na bureta com a mão esquerda. Os resultados devem ser expressar em termos de intervalo de confiança a 95%.

CONCLUSÃO

Nesta aula foram apresentados os princípios da volumetria de oxidação e redução. A solução de tiossulfato de sódio foi preparada e padronização com iodo. A solução de iodo foi preparada e padronizada com a solução padrão de $Na_2S_2O_3$. Os teores de cloro ativo e ácido ascórbico em vitamina C são determinados empregando solução padrão de $Na_2S_2O_3$e iodo, respectivamente. O amido foi o indicador escolhido para a visualização do ponto final das titulações.

RESUMO

A titulação de oxidação e redução baseia-se na reação de transferência de elétrons. Para a determinação do ponto final são usados auto-indicadores, indicadores específicos e indicadores de oxidação e redução. A solução de $Na_2S_2O_3$ é preparada pela dissolução sal em água. A padronização é feita usando iodo. Na detecção do ponto final é empregado o amido como indicador. A solução de $Na_2S_2O_3$ padronizada foi empregada na determinação do teor de cloro ativo em água sanitária. A solução de iodo é preparada pela dissolução de KI em água. A padronização é feita usando solução de $Na_2S_2O_3$ padronizada. Na detecção do ponto final é empregado o amido como indicador. A solução de iodo padronizada foi empregada na determinação do teor ácido ascórbico em vitamina C. Todas as determinações são efetuadas em triplicata para o cálculo das variáveis estatísticas.

AUTO-AVALIAÇÃO

1.Uma análise de uma amostra de água sanitária foi feita por um químico de uma indústria para determinação da concentração de cloro ativo (Cl_2). O analista procedeu da seguinte maneira. Tomou uma alíquota de 5 mL e diluiu para balão de 50ml com água destilada fervida. Em seguida, tomou uma alíquota de 25 mL dessa solução e titulou com solução de tiossulfato de sódio 0,1021mol/L, requerendo 15,55mL. Qual a % de cloro ativo na amostra de água sanitária?

2. Por que a solução de tiossulfato de sódio deve ser padronizada e como isso pode ser feito?

3. A volumetria de oxi-redução é ainda empregada em laboratórios de química para a determinação de oxigênio dissolvido em água e cloro ativo em água sanitária. Explique e exemplifique a iodometria e iodimetria.

4. Quais os tipos de indicadores empregados na titulometria de oxidação e redução? Exemplifique cada um.

REFERÊNCIAS

BACCAN, N.; DE ANDRADE, J. C.; GODINHO, O. E. S.; BARONE, J. S. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. 3 ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2001.

CHRISTIAN, G. D. **Analytical chemistry**. 5 ed. EUA: Ed. John Wiley & Sons, Inc., 1994.

HARRIS, D. C. **Análise Química Quantitativa**. 7 ed. Tradução de Bordinhão, J. [et al.]. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER, F. J.; CROUCH, S. R. **Fundamentos de Química Analítica**. Tradução da 8 ed. americana. São Paulo: Ed. Thomson, 2007.